

**PRODUCTION OF DRIED SOLUBLE STERILE COLLAGEN**

**Publication number:** JP6228506

**Publication date:** 1994-08-16

**Inventor:** KONDO NOBORU; NAKASAKI SHINGO

**Applicant:** HOKUYOO KK

**Classification:**

**- international:** *A23J3/06; A61K8/02; A61K8/65; A61K8/72; C07K14/78; C09H1/00; C09H9/00; A23J3/00; A61K8/02; A61K8/30; A61K8/72; C07K14/435; C09H1/00; C09H9/00; (IPC1-7): C09H9/00; A23J3/06; A61K7/00; C07K15/20*

**- European:**

**Application number:** JP19930049817 19930201

**Priority number(s):** JP19930049817 19930201

**Report a data error here**

**Abstract of JP6228506**

**PURPOSE:**To produce a collagen having improved solubility by injecting a collagen solution from a nozzle into ethanol to form a strand-like or membraneous product, immersing this product in a hydrophilic organic solvent, drying the product, and chopping or grinding the dried product.

**CONSTITUTION:**The production process comprises injecting a collagen solution of a concentration of 3-10% from a nozzle into an ethanol solvent of a concentration of 70-80% at an injection speed of 1-30m/min to form a strand-like or membraneous product, immersing this product in a hydrophilic organic solvent such as acetone or alcohol of a concentration of 90-99.5 %, drying the product at about 60 deg.C to remove the organic solvent and the water therefrom and chopping or grinding the dried product to obtain dry particulate or powdery soluble sterile collagen.

---

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平6-228506

(43) 公開日 平成6年(1994)8月16日

(51) IntCl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 9 H 9/00	J G K	7415-4 J		
A 2 3 J 3/06		7236-4 B		
A 6 1 K 7/00	J	9164-4 C		
	L	9164-4 C		
C 0 7 K 15/20		8318-4 H		

審査請求 未請求 請求項の数1 書面 (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平5-49817

(22) 出願日 平成5年(1993)2月1日

(71) 出願人 591189535

ホクヨー株式会社

山形県山形市三社57番地の1

(72) 発明者 近藤 登

山形県山形市三社57番地の1 ホクヨー株式会社内

(72) 発明者 中▲崎▼ 真悟

山形県山形市三社57番地の1 ホクヨー株式会社内

(74) 代理人 弁理士 南 孝夫 (外1名)

(54) 【発明の名称】 可溶性無菌コラーゲン乾燥物の製造方法

(57) 【要約】 (修正有)

【構成】 70～90%エタノール媒質中に、コラーゲン溶液をノズルより吐出せしめ、該媒質中にて、糸状物あるいは膜状物を生成せしめ、必要に応じ、生成した糸状物あるいは膜状物を、さらに90%以上の親水性の有機溶剤媒質中に浸漬した後、得られた糸状物あるいは膜状物を引き続き乾燥工程に導き、乾燥して、エタノール有機溶剤および水分を除去し、さらにこの乾燥物を、細断あるいは粉碎することにより粒状あるいは粉状の可溶性コラーゲン乾燥物を製造する可溶性無菌コラーゲン乾燥物の製造方法。

【効果】 無菌の可溶性コラーゲン乾燥物が得られる。輸送時の効率が良い。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 70～90%エタノール媒質中に、コラーゲン溶液をノズルより吐出せしめ、該媒質中にて、糸状物あるいは膜状物を生成せしめ、必要に応じ、生成した糸状物あるいは膜状物を、さらに90%以上の親水性の有機溶剤媒質中に浸漬した後、得られた糸状物あるいは膜状物を引き続き乾燥工程に導き、乾燥して、エタノール有機溶剤および水分を除去し、さらにこの乾燥物を、細断あるいは粉碎することにより粒状あるいは粉状の可溶性コラーゲン乾燥物を製造することを特徴とする可溶性無菌コラーゲン乾燥物の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【背景技術】コラーゲン溶液は、種々の用途に使用される有用な原材料で、広く食品用、化粧品用、その他に使用されているが、食品用として用いられる場合には、コラーゲンが無菌であることが要望される。

【0002】従来より無菌状態にする方法としては加熱処理、紫外線、 $\gamma$ 線等の放射線照射による方法（特公昭60-29493号公報、特公平4-25020号公報など）あるいは濾過による除菌などが一般的に知られているが、これら従来法をコラーゲンに適用する場合には、特に変性の防止の点に注意しなければならない。

【0003】従来法の場合について言えば、下記の如き問題点が存在する。

- 1) 加熱処理によりコラーゲンが変性してしまう。
- 2) 紫外線、 $\gamma$ 線等の放射線の照射は、殺菌に有用であるが変性が生じ易い。また、紫外線の場合には殺菌効果は物品の照射表面において認められるのみのことが多い。また、放射線は、人体への影響もあり、設備上の問題がある。
- 3) 濾過等の除菌操作は、コラーゲン溶液が高粘度であるため、効率上、問題がある。また、濾過操作の前後において希釈、濃縮を行う場合、それによって生ずる別の問題が発生する。

【0004】コラーゲンの無菌乾燥物をコラーゲン溶液から得る従来方法としては下記の如きものがある。

- 1) 噴霧乾燥（スプレードライ）により粉末化したコラーゲンあるいは凍結乾燥後に粉碎し粉末化したコラーゲンに放射線を照射し殺菌する方法。
- 2) コラーゲン溶液に紫外線を照射して滅菌し、次いで、噴霧乾燥法を行って粉末化するか、あるいは凍結乾燥を行った後に粉碎し粉末化する方法。
- 3) コラーゲン溶液を希薄溶液とし、濾過等の除菌操作を行った後、噴霧乾燥法により粉末化する方法。

【0005】これら従来方法には下記の如き問題点が存在している。

- 1) 噴霧乾燥法では、コラーゲン濃度を約1%程度の薄い溶液として行わなければならない、効率が悪い。
- 2) 凍結乾燥法では、数時間～オーバーナイトという

長時間の処理が必要であり、効率上問題がある。

【0006】さらに、コラーゲンを溶液状態で取り扱う場合においては、下記の如き、種々の問題点も存在する。

- 1) コラーゲン溶液は、通常数%濃度の水溶液であるため、その輸送においては、ほとんど水を輸送するに均しく効率が悪い。
- 2) 常温においても変性が起こり易いため、10℃以下の冷蔵等の温度管理をする必要がある。
- 3) 水を多量に含有しているため腐敗が起こり易い。
- 4) コラーゲン溶液は高粘度であるため、容器間の移し替えを行う際にロスが多く、取り扱い上の問題がある。

【0007】本発明者等は、これらの問題点を解決するため種々研究の結果、本発明により、これらの問題点を解消することに成功した。

## 【0008】

【発明の開示】本発明により、下記に記述する可溶性無菌コラーゲン乾燥物ならびにその製造方法が提供される。70～90%エタノール媒質中に、コラーゲン溶液をノズルより吐出せしめ、該媒質中にて、糸状物あるいは膜状物を生成せしめ、必要に応じ、生成した糸状物あるいは膜状物を、さらに90%以上の親水性の有機溶剤媒質中に浸漬した後、得られた糸状物あるいは膜状物を引き続き乾燥工程に導き、乾燥して、エタノール有機溶剤および水分を除去し、さらにこの乾燥物を、細断あるいは粉碎することにより粒状あるいは粉状の可溶性コラーゲン乾燥物を製造することを特徴とする可溶性無菌コラーゲン乾燥物の製造方法。

【0009】従来技術においても、コラーゲンの乾燥物は存在するが、これらのコラーゲンの乾燥物は、以下に説明するとおり、本発明により提供される可溶性無菌コラーゲン乾燥物とは全く相違するものである。本発明の可溶性無菌コラーゲン乾燥物は、従来技術とは全く異なる方法により得られるものであって、製造方法自体独自の特徴を有するほか、得られる乾燥物も優れた特性を有し、従来の製品と比較して、全く異質のものである。

【0010】本発明の可溶性無菌コラーゲン乾燥物の製造方法につき、以下に具体的な実施態様を説明する。コラーゲン溶液をギアポンプなどを用いて圧送し、次いで、媒質中にノズルより吐出せしめ、その媒質中にて糸状物あるいは膜状物を形成させる。これらの糸状物あるいは膜状物を引き続き乾燥工程に導き、乾燥して、その糸状物あるいは膜状物より有機溶剤および水分を除去する。得られた乾燥物を細断あるいは粉碎することにより、粒状あるいは粉状の可溶性コラーゲン無菌乾燥物が得られる。上記の製造工程は、通常、連続工程として行われる。

【0011】原材料のコラーゲン溶液は、可溶性のコラーゲン溶液であれば、その由来は特定されず、また、そ

のコラーゲンの分子状態がどのようなものであるかも、格別に特定されることはない。コラーゲン溶液におけるコラーゲンの濃度は、3～10%好ましくは5～8%である。前記のエタノール媒質におけるエタノールの濃度は70～90%好ましくは75～85%であり、さらに好ましくは80%である。エタノールの殺菌効果は70%前後で最大となるといわれているが、媒質中で生成せしめた糸状物又は膜状物の連続処理（切れないようにする）を可能にするためには80%前後が望ましい。第2の親水性の有機溶剤処理における有機溶剤としては、好ましくはアセトン、アルコール類等の取り扱いに便利で入手容易な有機溶剤が使用される。アルコール類としては、メタノール、エタノール、イソプロピルアルコールなどが例示される。その濃度は90%以上であり、好ましくは90～99.5%さらに好ましくは99.5%である。

【0012】ノズルからの吐出速度は、通常1～30ml/min好ましくは15～20ml/minであり、ノズルの直径は、通常は、0.05～1mm程度、好ましくは0.1～0.5mmである。乾燥工程における乾燥温度は、最初のエタノール媒質中への吐出による生成物については55℃前後が好ましく、第2の親水性の有機溶剤媒質への吐出による工程については60℃前後が好ましい。生成物は、ノズルの形状の選択あるいは裁断、粉碎の方法により任意の形状の粉状あるいは粒状の乾燥物として得られる。特に、微粉碎を行う場合には、冷却しながら行うことにより、変性させることなく微粉体を得ることができる。ノズル形状がスリット状である場合には、膜状物として生成させ、可食性フィルムとして製造することもできる。本発明の可溶性無菌コラーゲン乾燥物としては、架橋あるいは着色した乾燥物として得ることもできる。

【0013】本発明の製造方法は、従来方法に比し、下記の如き格別の利点をもたらすものである。

- 1) エタノール媒質中にコラーゲン溶液を吐出させ固形物を生成させることにより、脱水と殺菌を同時に行うことができる。
- 2) 水がエタノールあるいは親水性の有機溶剤に置換された状態で乾燥するため、乾燥温度を60℃前後に上げることができ（蒸発潜熱効果）、単に水分を乾燥する場合と比較して、非常に乾燥効率が良く、短時間で乾燥ができる。
- 3) 殺菌、脱水、乾燥を連続的に効率良く、しかも簡便に行うことができる。
- 4) 細断あるいは粉碎により簡便に粉状あるいは粒状の生成物が得られる。
- 5) 粉碎を極めて短時間に効率良く行うことができる。
- 6) 得られた可溶性無菌コラーゲン乾燥物の溶解性が良い。凍結乾燥品はポーラスであるが、本発明により得られる乾燥物はポーラスでなく、脱脂効果により製品と

水との馴染みが速い。

- 7) 乾燥物の再溶解液は、脱脂により、脂肪分が少なく、透明度の高い溶液が得られる。

【0014】以下に本発明の実施例を掲げるが、本発明は、これら実施例により特定されない。

【0015】

【実施例】

実施例1

8%のコラーゲン溶液を、ギアポンプを用いて圧送し、75～85%のエタノール媒質中にノズルより吐出せしめ、媒質中で糸状物を生成させる。この糸状物を引き続いて乾燥工程に導き、55℃前後で乾燥する。得られた乾燥物を5～10mm程度の長さに裁断し、超遠心ミルにて粉碎し、可溶性無菌コラーゲン乾燥物を得る。

【0016】実施例2

7%のコラーゲン溶液を、ギアポンプを用いて圧送し、75～85%のエタノール媒質中にノズルより吐出させ、媒質中で糸状物を生成させ、この糸状物をついで95～99.5%のアルコール媒質中に連続的に浸漬させ、浸漬処理された糸状物を、引き続き乾燥工程に導き、60℃前後で乾燥する。得られた乾燥物を5～10mm程度の長さに裁断し、超遠心ミルにて粉碎し、可溶性無菌コラーゲン乾燥物を得る。

【0017】実施例3

7%のコラーゲン溶液を、ギアポンプを用いて圧送し、75～85%のエタノール媒質中にノズルより吐出させ、媒質中で糸状物を生成させる。この糸状物を引き続き99%のアセトン媒質中に導き、連続的に浸漬する。浸漬処理した糸状物をさらに乾燥工程に導き、60℃前後で乾燥する。得られた乾燥物を5～10mm程度の長さに裁断し、超遠心ミルにて粉碎し、可溶性無菌コラーゲン乾燥物を得る。

【0018】実施例4

7%のコラーゲン溶液を、ギアポンプを用いて圧送し、75～85%のエタノール媒質中にノズルより吐出させ、媒質中にて膜状物を生成させる。この膜状物を引き続き95～99.5%のアルコール媒質中に導き、浸漬する。浸漬処理後の膜状物を60℃前後の乾燥工程に導き乾燥する。得られた乾燥物を裁断機にて細断し、可溶性無菌コラーゲン乾燥物を得る。

【0019】実施例5

7%のコラーゲン溶液を、ギアポンプを用いて圧送し、75～85%のエタノール媒質中にノズルより吐出させ、媒質中で糸状物を生成させる。この糸状物をついで95～99.5%のアルコール媒質中に連続的に導き、浸漬させる。さらに、浸漬処理後の糸状物を乾燥工程に連続的に導き、60℃前後で乾燥する。得られた乾燥物を裁断機にて細断し、可溶性無菌コラーゲン乾燥物を得る。

【0020】実施例6

5

6

7%のコラーゲン溶液を、ギアポンプを用いて圧送し、75～85%のエタノール媒質中にノズルより吐出させ、媒質中で膜状物を生成させる。この膜状物をついで引き続き95～99.5%のアルコール媒質中に連続的に導き、浸漬する。浸漬処理後の膜状物をさらに乾燥工程に導き、60℃前後に乾燥し、可溶性無菌コラーゲン\*

\*フィルムを得る。

【0021】本発明の製造方法により得られる殺菌効果は下記に示されるところからも明らかに優れたものである。

【0022】

	生菌数 (個/ml)	
	1回目	2回目
原料のコラーゲン溶液	$9 \times 10^3$	$4 \times 10^4$
本発明の製造方法により得られる製品の再溶解液	0	0

註) 両者は、同一濃度で測定したものである。

【0023】本発明の効果を以下に列記する。

- 1) 無菌の可溶性コラーゲン乾燥物が得られる。
- 2) 輸送時の効率が良い。
- 3) 水分が十数%になることでコラーゲンの変性温度

が100℃前後に上昇するので冷蔵等の温度管理をする必要がなくなる。

- 4) 腐敗等の問題が生じない。
- 5) 使用時に際し、任意の濃度に調製できる。